



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 63-301505

(43)Date of publication of application : 08.12.1988

(51)Int.Cl.

H01F 1/04

C22C 38/00

(21)Application number : 62-137994

(71)Applicant : HITACHI METALS LTD

(22)Date of filing : 01.06.1987

(72)Inventor : KOBAYASHI AKIO  
HASEGAWA MUNEHISA

## (54) R-B-FE SINTERED MAGNET

## (57)Abstract:

PURPOSE: To make it possible to obtain stabilized magnetic characteristics by a method wherein, in an R-B-Fe sintered magnet, the quantity of oxygen, hydrogen and nitrogen is controlled at the specifically set content.

CONSTITUTION: In the R-B-Fe sintered magnet having R (provided that R indicates at least a kind of rare-earth element containing T), B and Fe as an essential ingredient, the quantity of oxygen in the magnet is specifically set at 0.1W1.2wt.%, the quantity of hydrogen is set at 0.02W0.02wt.% and the quantity of nitrogen is set at 0.04W0.08wt.%. To be more precise, it is difficult to bring the quantity of oxygen to 0.1wt.% or less from the industrial standpoint, because it is not economical and also it produces little effect, and if the oxygen exceeds 1.2wt.%, magnetic characteristics deteriorate. Also, it is industrially difficult to bring the quantity of hydrogen to 0.002wt.% or less, and when the hydrogen exceeds 0.02wt.%, the magnetic characteristics deteriorate. Pertaining to the quantity of nitrogen, it is industrially difficult to lower it to 0.004wt.% or less, and when it exceeds 0.08wt.%, magnetic characteristics deteriorate. Accordingly, the R-B-Fe sintered magnet on which excellent magnetic characteristics are obtained in a stable manner can be manufactured.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

O<sub>2</sub> 1000-12,000N<sub>2</sub> 40-800H<sub>2</sub> 20-200

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭63-301505

⑬ Int. Cl.<sup>4</sup>H 01 F 1/04  
C 22 C 38/00

識別記号

3 0 3

庁内整理番号

H-7354-5E  
D-6813-4K

⑭ 公開 昭和63年(1988)12月8日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 R-B-Fe系焼結磁石

⑯ 特 願 昭62-137994

⑰ 出 願 昭62(1987)6月1日

⑱ 発 明 者 小 林 明 男 埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地 日立金属株式会社熊谷工場内

⑲ 発 明 者 長 谷 川 統 久 埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地 日立金属株式会社熊谷工場内

⑳ 出 願 人 日立金属株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目1番2号

## 明 細 書

## 1 発明の名称

R-B-Fe系焼結磁石

## 2 特許請求の範囲

1 R(但しRはYを含む希土類元素の内、少なくとも1種)、BおよびFeを必須成分とするR-B-Fe系磁石において、該磁石中の酸素含有量を0.1~1.2wt%、水素含有量を0.002~0.02wt%および窒素含有量を0.004~0.08wt%としたことを特徴とするR-B-Fe系焼結磁石。

## 3 発明の詳細な説明

## 〔産業上の利用分野〕

本発明は、R-B-Fe系焼結磁石において酸素、水素および窒素含有量を制御することにより磁気特性を改善した磁石に関するものである。

## 〔従来の技術〕

特開昭59-46008号、同60-182104号の各公報に記載されているようにR-B-Fe系磁石は、原料を溶解、調造し、さらに調造合金を粉末化した後成形、焼結、熱処理することにより得ら

れる。

異方性化し高磁気特性を得るには、成形中に磁界を印加することによって可能である。

〔発明が解決しようとする問題点〕

しかしながら、公知技術のみでは上記R-B-Fe系磁石を安定して得ることは困難である。

すなわち製造ロット毎に磁気特性が不安定で合格歩留の不安定を招き工業的レベルの製造が困難であった。

本発明の目的は、上記問題点を解消し、優れた磁気特性が安定して得られるR-B-Fe系焼結磁石を提供することにある。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明者らは、先に特開昭61-208807号公報に示す如く、酸素含有量を0.1~1.2wt%に制御した場合、高磁気特性が得られると提案したがさらに水素量、および窒素量についても特定の含有量にした場合、高磁気特性が得られることを知見し、本発明に至ったのである。

即ち、本発明はR(但し、RはYを含む希土類

元素の内、少くとも1種)、BおよびFeを必須成分とするR-B-Fe系焼結磁石において、該磁石中の酸素量を0.1~1.2wt%、水素量を0.002~0.02wt%および窒素量を0.004~0.08wt%としたことを特徴とするものである。

酸素、水素および窒素の各含有量について言及すると、酸素量は0.1wt%未満にすることは工業上困難であり、経済的でないこととその効果が少なく、また1.2wt%を超えると磁気特性の低下が生じるため、0.1~1.2wt%とされる。

水素量は、0.002wt%未満にすることは工業上困難でまた0.02wt%を超えると、磁気特性の低下と併せて磁石そのものが、経時変化により崩壊し易くなるため、0.002~0.02wt%とされる。

窒素量は、0.004wt%未満にすることは工業上困難でまた0.08wt%を超えると磁気特性が低下するため、0.004~0.08wt%とされる。

なお本発明は、異方性または等方性いずれの焼結磁石にも適用できる。

次に本発明を適用する希土類・ボロン・鉄系焼

40原子%未満では残留磁束密度(Br)が低下し90原子%を超えると高い保磁力(iHc)が得られないためである。

上記R・BおよびFeを必須元素とし、希土類・ボロン・鉄系焼結磁石は作成されるが下記の如く、鉄の一部を他の元素で置換することや、不純物を含んでも本発明の効果は失なわれない。

すなわち、Feの代りに、50原子%以下のCo、8原子%以下のNiで代替しても良い。Coは50原子%を超えると高いiHcが得られず、Niは8%を超えると高いBrが得られないためである。また上記以外の元素として下記所定原子%以下のA元素の1種以上(ただし、2種以上含む場合のA元素の総量は当該含有A元素の内最大値を有するものの値以下)をFe元素と置換しても本発明の効果は失なわれない。A元素を下記する。

結磁石の成分限定理由について説明すると、本発明の磁石は希土類元素R(ただしRはYを含む希土類元素の少くとも1種)、ボロンおよび鉄を必須元素とする。さらに詳述すると、Rとしてはネオジム(Nd)、プラセオジム(Pr)またはそれらの混合物(ジジム)が好ましく、他にランタン(La)、セリウム(Ce)、テルビウム(Tb)、ジスプロシウム(Dy)、ホルミウム(Ho)、エルビウム(Er)、ユウロビウム(Eu)、サマリウム(Sm)、カドリニウム(Gd)、プロメチウム(Pm)、ツリウム(Tm)、イットルビウム(Yb)、ルテチウム(Lu)及びイットリウム(Y)などの希土類元素を含んで良く、総量で8~30原子%とされる。8原子%未満では十分な保磁力が得られず、30原子%を超えると、残留磁束密度が低下するためである。ボロンBは2~28原子%とされる。2原子%未満では十分な保磁力が得られず、28原子%を超えると残留磁束密度が低下し優れた磁気特性が得られないためである。上記RおよびB以外の元素としてFeは必須元素であり40~90原子%含有される。

|         |        |        |          |          |
|---------|--------|--------|----------|----------|
| Ti 4.5% | Bi 5%  | V 9.5% | Nb 12.5% | Ta 10.5% |
| Cr 8.5  | Mo 9.5 | W 9.5  | Mn 8     | Al 9.5   |
| Sb 2.5  | Ge 7   | Sn 3.5 | Zr 5.5   | Hf 5.5   |
| Cu 3.5  | S 2    | C 4    | Ca 8     | Mg 8     |
| Si 8    |        | P 3.5  |          |          |

次に本発明の実施例について説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

#### [実施例]

##### (実施例1)

第1表のNo.1で示す組成を有する焼結体が得られるよう原料粉(平均粒径3.0 $\mu$ m)を作成した。

ただし窒素量(x)wt%は、窒化鉄を使用して、所望量となるように調整した。得られた原料粉を2.5 ton/cm<sup>2</sup>の成形圧で磁場中(8 KOe)で成形し、得られた成形体をArガス雰囲気中の気流中で1080℃、2時間の焼結後室温まで急冷し、再度660℃、1時間の熱処理後、急冷し磁気特性の測定に供した。

熱処理後の窒素量(x)wt%と磁気特性(固有保

磁力  $iH_c$  ) の関係を第1図に示す。第1図から分る如く、窒素量を0.004~0.08wt%に制御することにより、優れた磁気特性が得られることが分る。

第 1 表

| № | Nd   | Pr  | Ce  | Dy  | B   | Al  | Si  | Co  | Nb  | C    | O   | N    | H    | Fe |
|---|------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|------|-----|------|------|----|
| 1 | 31.0 | 1.5 | 0.5 | 0.5 | 1.1 | 0.5 | 0.2 | —   | —   | 0.02 | 0.4 | x    | 0.01 | 28 |
| 2 | 29.5 | 0.5 | —   | 3.5 | 1.1 | 0.3 | 0.1 | —   | 1.5 | 0.02 | 1.0 | y    | 0.01 | 28 |
| 3 | 29.0 | 0.5 | —   | 4.0 | 1.1 | 0.3 | 0.1 | 4.5 | —   | 0.02 | 0.7 | 0.03 | z    | 28 |

## (実施例2)

第1表の№2で示す組成を有する焼結体を得られるように原料粉(平均粒径 $3.4\mu m$ )を作成した。

ただし、窒素量(y)wt%は、窒化鉄を使用して所望量となるように調整した。得られた原料粉を2.8 ton/cm<sup>2</sup>の成形圧で磁場中(8 KOe)で成形し得られた成形体をArガス雰囲気中の気流中で1080℃、2時間の焼結後、室温まで急冷し再度630℃、1時間の熱処理後、急冷し、磁気特性の測定に供した。

分る。

なお、水素量として0.031wt%含有する試料は、組織的に部分的に金属光沢を示し、室温、大気中に放置した結果、徐々に崩壊現象を示した。

## 〔発明の効果〕

以上述べた如く、本発明は、R-B-Fe系焼結磁石において酸素、水素および窒素量を特定の含有量に制御することにより、安定した磁気特性が得られる磁石を提供するものであり、その工業的価値は極めて大きい。

## 4 図面の簡単な説明

第1図、第2図は、窒素含有量の磁気特性への影響を表わす図で、第3図は水素含有量の磁気特性への影響を表わす図である。

出願人 日立金属株式会社



熱処理後の窒素量(y)wt%と磁気特性(固有保磁力  $iH_c$  )の関係を第2図に示す。

第2図から分るように、特定の窒素量0.004~0.08wt%にて、安定した磁気特性が得られることが分る。

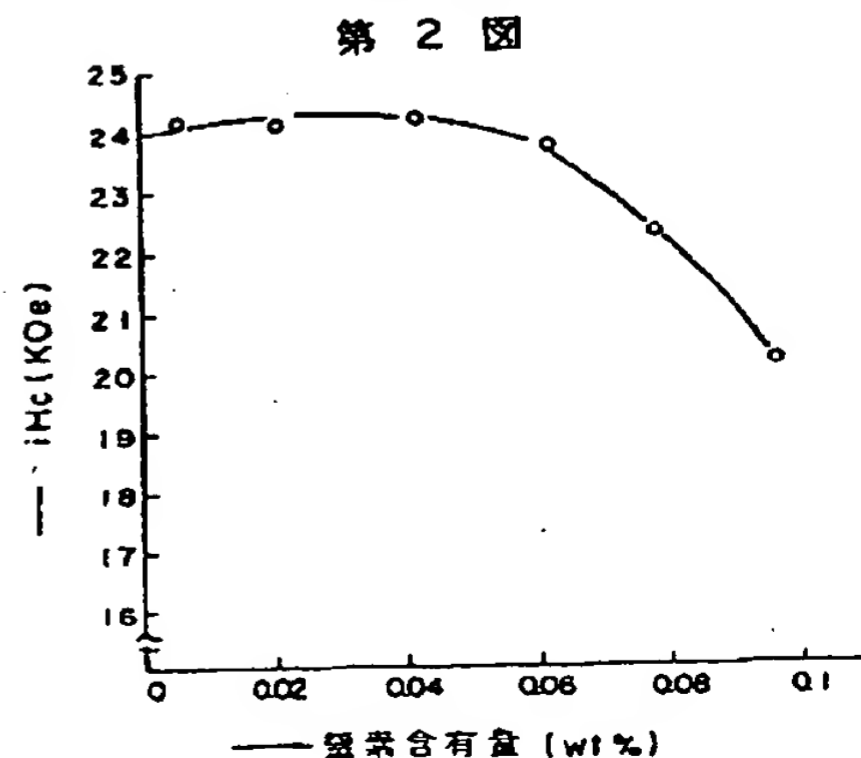
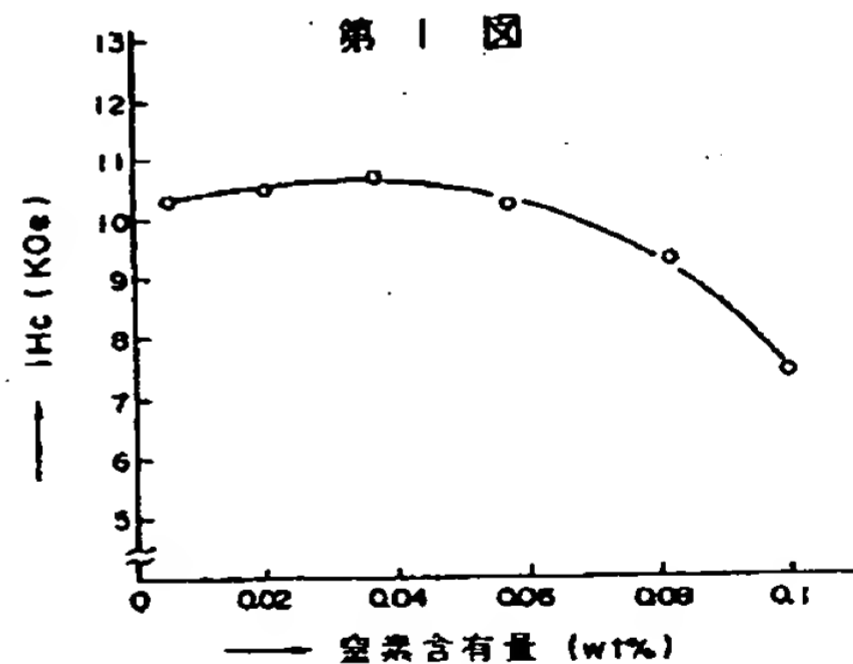
## (実施例3)

第1表の№3で示す組成を有する焼結体を得られるように、原料粉(平均粒径 $3.2\mu m$ )を作成した。

ただし、水素量(z)wt%は原料粉に水素ガスを接触し、所望量となるように調整した。得られた原料粉を3.0 ton/cm<sup>2</sup>の成形圧で磁界中(8 KOe)で成形し、得られた成形体をArガス雰囲気中の気流中で1080℃、2時間の焼結後室温まで急冷し、再度610℃、1時間の熱処理後急冷し、磁気特性の測定に供した。

熱処理後の水素量(z)wt%と磁気特性(固有保磁力  $iH_c$  )の関係を第3図に示す。

第3図から、特定の水素量0.002~0.02wt%の範囲にて、安定した磁気特性が得られることが



第 3 図

